

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
25. August 2005 (25.08.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2005/077484 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **B01D 11/04,**  
B01F 13/00

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/001525

(22) Internationales Anmeldedatum:  
16. Februar 2005 (16.02.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
10 2004 007 708.8  
16. Februar 2004 (16.02.2004) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme  
von US): **DYNAMIT NOBEL GMBH** [DE/DE]; Ex-  
plosivstoff- und Systemtechnik, Kalkstrasse 218, 51377  
Leverkusen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **ANTES, Jürgen**  
[DE/DE]; Weingartenerstrasse 47, 76229 Karlsruhe (DE).  
**BOSKOVIC, Dusan** [YU/DE]; Kreuzstrasse 33, 76133  
Karlsruhe (DE). **HAASE, Jürgen** [DE/DE]; Mozart  
Strasse 19, 45731 Waltrop (DE). **LÖBBECKE, Ste-  
fan** [DE/DE]; Augustastrasse 9, 76137 Karlsruhe (DE).  
**RULOFF, Cornelius** [DE/DE]; Gisbert-Cremer-Strasse  
82, 51373 Leverkusen (DE). **TÜRCKE, Tobias** [DE/DE];  
Striederstrasse 4, 76131 Karlsruhe (DE).

(74) Anwälte: **UPPENA, Franz** usw.; Patente, Marken &  
Lizenzen, Chemetall GmbH, Trakehner Strasse 3, 60487  
Frankfurt/M (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,  
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,  
CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES,  
FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,  
KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD,  
MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG,  
PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM,  
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM,  
ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,  
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,  
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,  
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,  
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL,  
PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,  
CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden  
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen  
eintreffen

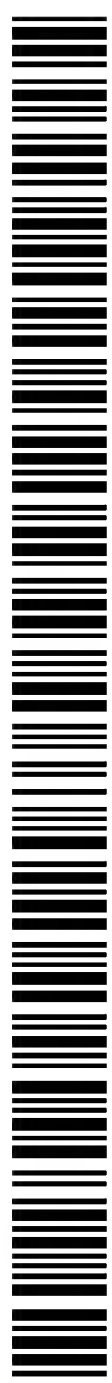
Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-  
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-  
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der  
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR PREPARING LIQUID SUBSTANCES

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR AUFARBEITUNG VON FLÜSSIGEN STOFFEN

(57) Abstract: The invention concerns a method for preparing liquid substances, whereby the preparation is made in one or several micro-reactors and/or micro-mixers, the liquid substance to be prepared being continuously mixed with a washing liquid in the micro-reactors and/or micro-mixers.

(57) Zusammenfassung: Beschrieben wird ein Verfahren zur Aufarbeitung von flüssigen Stoffen, bei dem die Aufarbeitung in einem oder mehreren Mikroreaktoren und/oder Mikromischern durchgeführt wird, wobei der aufzuarbeitende flüssige Stoff in den Mikroreaktoren und/oder Mikromischern kontinuierlich mit einer Waschflüssigkeit gemischt wird.



WO 2005/077484 A1

## Verfahren zur Aufarbeitung von flüssigen Stoffen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufarbeitung von flüssigen Stoffen.

In vielen chemischen Verfahren werden flüssige Stoffe mit anderen flüssigen Stoffen gewaschen. Das erhaltene flüssig/flüssig-Gemisch wird dann wieder in  
5 die einzelnen Flüssig-Phasen getrennt. Insbesondere bei der Herstellung von flüssigen Nitratesternen wie Nitroglycerin sind bei der Aufarbeitung der Rohprodukte mehrere Wäschen und Phasentrennungen erforderlich. Dies wird am Beispiel der Nitroglycerin-Herstellung näher beschrieben:

Nach der Umsetzung von Nitriersäure mit Glycerin wird ein Gemisch aus einer  
10 Säurephase und Rohnitroglycerin erhalten, das sich in zwei Phasen trennt. Diese Trennung dauert in den dem Stand der Technik entsprechenden konventionellen Anlagen mehrere Minuten bis ca. 40 Minuten. Nach Ablassen der Säurephase wird die noch saure Rohnitroglycerin-Phase 5 bis 6 mal mit einer wässrigen und/oder wässrig alkalischen Lösung (z.B. Natriumcarbonat-Lösung) unter  
15 Rühren gewaschen, bis das erhaltene Nitroglycerin säure- und basefrei ist. Diese Phasentrennungen dauern jeweils wieder mehrere Minuten bis ca. 40 Minuten. Nachteilig bei dieser Vorgehensweise sind die langen Phasentrennzeiten und insbesondere die großen Mengen an wässriger Phase, die es aufwändig zu entsorgen gilt. So entstehen je nach Reinheitsanforderung z.B. pro Gewichtsteil  
20 Nitroglycerin bis zu 16 Gewichtsteile wässriger Abfall. Ähnliche Probleme gibt es allgemein bei der Aufarbeitung und Reinigung von flüssigen Stoffen.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, die Nachteile des Standes der Technik zu überwinden und insbesondere ein Verfahren zur Aufarbeitung von flüssigen Stoffen bereitzustellen, bei dem flüssige Stoffe mit einem oder mehreren andern  
25 flüssigen Stoffen gewaschen werden und wobei sich die gebildeten flüssigen Phasen schnell trennen lassen und nur geringe Abfallmengen anfallen.

Gelöst wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur Aufarbeitung von flüssigen Stoffen mit den Merkmalen des Hauptanspruchs. Vorzugsweise Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens finden sich in den Unteransprüchen.

5 Mikroreaktoren und Mikromischer sind stark miniaturisierte Rohr-Reaktoren mit Kanaldimensionen im sub-Millimeterbereich bzw. Volumina im sub-Milliliterbereich und als solche bekannt. Beschreibungen finden sich z.B. in:

V.Hessel und H.Löwe, "Mikroverfahrenstechnik: Komponenten, Anlagenkonzeption, Anwenderakzeptanz", Chem.Eng. Techn. 74, 2002, Seiten 17-30, 185-207 und 381-400.

10 J.R.Burns, C.Ramshaw, C., "A Microreactor for the Nitration of Benzene and Toluene", in: Proceed. 4<sup>th</sup> Int. Conference on Microreaction Technology (IMRET 4), 2000, Atlanta, USA.

S.Löbbecke et al., "The Potential of Microreactors for the Synthesis of Energetic Materials", 31<sup>st</sup> Int. Annu. Conf. ICT; Energetic Materials – Analysis, Diagnostics  
15 and Testing, 33, 27 – 30 June 2000, Karlsruhe, Germany.

Grundsätzlich geeignet für das erfindungsgemäße Verfahren sind Mikroreaktoren, in denen Fluidströme miteinander vermischt werden. Beispielhaft genannt seien hier Mikroreaktoren, die nach dem split and recombine Prinzip arbeiten oder Mikroreaktoren, die nach dem Multilaminationsprinzip arbeiten, oder  
20 Mikroreaktoren, die Fluidströme auf einfache Weise in einer T-Stück-artigen Konfiguration kontaktieren. Solche Mikroreaktoren werden auch als Mikromischer bezeichnet.

Bei einem nach dem split and recombine Prinzip arbeitenden Mikroreaktor werden die Fluidströme aufgespalten und nach Durchlaufen unterschiedlicher  
25 Wegstrecken wieder zusammengeführt. Die mehrfache Wiederholung dieser Strömungsführung, beispielsweise in mehrfach angeordneten parallelen Mikrokanälen, führt zu einer effektiven Vermischung der Flüssigkeitsströme. Die

Kanalinnendurchmesser der Mikrokanalstrukturen solcher Mikroreaktoren liegen bei ca. 50 bis 3000  $\mu\text{m}$  Durchmesser. Die Länge der parallelen Mikrokanalstrukturen kann zwischen 1 und 50 mm, vorzugsweise zwischen 15 und 20 mm variieren.

- 5 Bei einem nach dem Multilaminationsprinzip arbeitenden Mikroreaktor werden die einzelnen Fluidströme zunächst in parallele Lamellenströme aufgeteilt, ehe sie alternierend mit dem zweiten multilaminierten Fluidstrom vereint und somit vermischt werden. Die Kanalinnendurchmesser der Mikrokanalstrukturen solcher Mikroreaktoren liegen bei ca. 50 bis 3000  $\mu\text{m}$  Durchmesser. Die Länge der parallelen Mikrokanalstrukturen kann zwischen 1 und 50 mm, vorzugsweise  
10 zwischen 15 und 20 mm variieren.

Die Kanalinnendurchmesser des Mikroreaktors können zwischen 50 und 3000  $\mu\text{m}$  variieren. Bevorzugt werden Kanalinnendurchmesser von 100 bis 1000  $\mu\text{m}$ , ganz besonders bevorzugt von 200 bis 300  $\mu\text{m}$  verwendet.

- 15 Bei der Aufarbeitung im Mikroreaktor wird bevorzugt mit einer laminaren Strömung der Flüssigkeiten gearbeitet, wobei die Reynoldszahl besonders bevorzugt unter 1000 liegt.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden Mikroreaktoren verwendet, die idealerweise mikrostrukturierte passive Mischstrukturen enthalten. Es können  
20 jedoch auch einfache T- oder Y-Mischer mit vergleichbaren inneren Kanaldimensionen eingesetzt werden.

Bevorzugt werden Mikroreaktoren mit Glas oder Silizium als Werkstoff verwendet. Darüber hinaus sind auch Reaktoren mit Werkstoffen aus Metall, Keramik oder Emaille einsetzbar.

- 25 Erfindungsgemäß vorgesehen sein kann außerdem, durch Hintereinanderschalten in Serie mehrerer gleich oder unterschiedlicher Mikroreaktoren (bzw. Mikromischer) den Wasch- und Trennvorgang beliebig zu

wiederholen und/oder durch Zugabe jeweils anderer Waschflüssigkeiten verschiedene Mikroreaktor- bzw. Mikromischer-Wäschen hintereinander zu schalten (Mikroreaktorsysteme).

Überraschenderweise liegt das erfindungsgemäß aufbereitete, den Mikroreaktor  
5 und/oder den Mikromischer verlassende Gemisch aus flüssigem (Wert-)Stoff und Waschflüssigkeit bereits in seine Phasen getrennt vor. Der Waschvorgang gemäß vorliegender Erfindung erweist sich dabei als wesentlich effektiver als der bei einem herkömmlichen Verfahren. So kann die Anzahl der Waschvorgänge deutlich reduziert werden. Die Waschzeiten und der Verbrauch an  
10 Waschflüssigkeit werden bis zu 75 % reduziert. Im Vergleich zum Stand der Technik wird eine deutlich beschleunigte Phasentrennung bei nicht mischbaren Flüssigkeiten erzielt.

Erfindungsgemäß bevorzugt fließt das den Mikroreaktor und/oder Mikromischer verlassende Gemisch aus flüssigem (Wert-)Stoff und Waschflüssigkeit in ein  
15 Gefäß mit einem oberen und einem unteren Ablauf, so dass sich die bereits getrennten flüssigen Phasen abnehmen lassen. In den Fällen, in denen eine dritte Phase entsteht, kann diese über einen oder mehrere zusätzliche mittlere Gefäßabläufe abgezogen werden.

Besonders geeignet ist das erfindungsgemäße Verfahren zur Aufarbeitung von  
20 Nitratestern. Ganz besonders geeignet ist es für die Aufarbeitung von Nitroglycerin.

Der Gegenstand der Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert:



### Beispiel 1: Aufarbeitung von Rohnitroglycerin in drei Mikromischern

Die Aufarbeitung von Rohnitroglycerin wurde in drei aus dem Werkstoff Silizium bestehenden, in Serie geschalteten Mikromischern durchgeführt. Diese Mischer arbeiten nach dem *split and recombine* Prinzip. Hierbei werden

5 Flüssigkeitsströme aufgespalten und nach Durchlaufen unterschiedlicher Wegstrecken wieder zusammengeführt. Die mehrfache Wiederholung dieser Strömungsführung in parallelen Mikrokanälen führt zu einer effektiven Vermischung der Flüssigkeitsströme. Die Mikrokanalstrukturen der Mikromischer liegen bei ca. 200 bis 300 µm Durchmesser. Die Länge der parallelen

10 Mikrokanalstrukturen variiert zwischen 15 und 20 mm. Die Mikromischer wurden so in Serie geschaltet, dass die aus einem Mikromischer austretende Mischung auf die zwei Fluideingänge des nächsten Mikromischers mittels T- oder Y-Kapillaren aufgeteilt wurde.

Zur Durchführung der Aufarbeitung von Rohnitroglycerin, welches aus einem

15 kontinuierlich oder einem chargenweise arbeitendem Herstellprozess erhalten werden kann, wurde dieses mit Gasdruck (z.B. Stickstoff) aus einer Vorlage in einen der beiden Eduktkanäle des 1. Mikromischers gefördert. In den 2. Eduktkanal wurde Waschwasser gefördert. Das Massenstromverhältnis von Rohnitroglycerin zu Wasser lag bei etwa 1 : 1,5. Das aus dem letzten

20 Mikromischer austretende und in das Sammelgefäß gelangende Gemisch war bereits unmittelbar bei Austritt aus dem Mikromischer in seine Phasen getrennt, so dass dem Sammelgefäß über den unteren Ablauf ständig Nitroglycerin entnommen werden konnte. Dieses einmal gewaschene Rohglycerin wurde mittels Gasdruck erneut in eine serienverschaltete Anordnung aus drei

25 Mikromischern gefördert und dort mit verdünnter (5 Gew.-%-iger) Sodalösung im Massenstromverhältnis von Rohnitroglycerin zu Sodalösung von ebenfalls 1 : 1,5 gewaschen. Erneut erfolgte eine Phasentrennung unmittelbar nach Austritt aus dem letzten Mikromischer. In einem letzten Waschschrift wurde die Nitroglycerin-Phase nochmals mit Wasser wie im ersten Waschschrift gewaschen.

Nach den Waschstufen wurde der Produktstrom in ein Sammelgefäß geleitet, das oben einen Abfluss für die wässrigen Waschphasen und unten den für die gewaschene Nitroglycerinphase enthielt.

Aufgrund der bei Austritt aus dem letzten Mikromischer unmittelbar vorliegenden  
5 Phasentrennung entspricht die Summe der Verweilzeiten in den Mikromischern der Gesamt-Waschzeit. Der Wascherfolg wurde in bekannter Weise durch die Bestimmung der Beständigkeitszeit der Nitroglycerinphase im Abel-Test sowie durch Reinheitsanalysen (Flüssigchromatographie) ermittelt. Als Vergleich dient ein konventionell makroskopisch durchgeführter Waschprozess, in dem hinter-  
10 einander 5 Waschstufen (Wasser, Wasser, Soda, Wasser, Wasser) mit jeweils einem Rohnitroglycerin/Waschphase-Verhältnis von 1 : 3 (Massenverhältnis) durchgeführt wurde. Die Tabelle 1 fasst die Ergebnisse zusammen. Zum Vergleich ist in Tabelle 1 in der Zeile "konventionell makroskopisch" die Aufarbeitung gemäß dem Stand der Technik angegeben. Ein Vergleich der  
15 Versuchsergebnisse zeigt, dass durch den Einsatz der Mikromischer

- die Absolutmenge an Waschlösung um bis zu 75 % reduziert werden kann,
- die Anzahl der Waschschrte reduziert werden kann,
- die Netto-Waschzeit drastisch reduziert werden kann,
- stabiles Nitroglycerin hoher Reinheit (vgl. Tabelle 2) erhalten wird.

Tabelle 1:

Wäscherart	Anzahl der Wasch- stufen	Massestrom (Waschlösung/ Nitroglycerin) /  (g/min) / (g/min)	Reihenfolge der Waschmedien	Verweilzeit je Wäsche /  s	NGL-Stabilität nach Wäsche in Mikromischern (Methode nach Abel) /  min
Konventionell makroskopisch	5	3:1	W/W/S/W/W	300	10
Einsatz von Mikromischern	3	1,5:1	W/S/W	3	11

W: reines Wasser ; S: 5 %ige wässrige Soda-Lösung; NGL: Nitroglycerin

Tabelle 2: Reinheitsanalysen von Nitroglycerin nach Mikromischer-Wäschen:

	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> / ppm	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> / ppm	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> / ppm	Cl <sup>-</sup> / ppm	Na <sup>+</sup> / ppm
NGL nach Mikromischer- Wäsche	0,21	0,34	0,24	0,11	0,57

5     **Beispiel 2: Aufarbeitung von Rohnitroglycerin mit neun Mikromischern**

Die Verfahrensweise entspricht der aus Beispiel 1, jedoch durchlief das Rohnitroglycerin das System aus drei hintereinander geschalteten Mikromischern neunmal hintereinander. Die ersten drei Wäschen wurde jeweils mit Wasser, die zweiten drei Wäschen jeweils mit verdünnter (5 Gew.-%-iger) Sodalösung und  
10     abschließend die dritten drei Wäschen erneut mit Wasser gewaschen. Das Massenstrom-Verhältnis von Nitroglycerin zu Waschlösung betrug 2 : 1. Die



Tabelle 3 fasst die Ergebnisse zusammen. Es ist ersichtlich, dass eine sehr hohe Nitroglycerin-Stabilität erzielt wurde.

Zum Vergleich ist in Tabelle 3 in der Zeile "konventionell makroskopisch" die Aufarbeitung gemäß dem Stand der Technik angegeben.

5 Tabelle 3:

Wäscherart	Anzahl der Wasch- stufen	Massestrom (Waschlösung/ Nitroglycerin) /  (g/min) / (g/min)	Reihenfolge der Waschmedien	Verweilzeit je Wäsche /  s	NGL-Stabilität nach Wäsche in Mikromischern (Methode nach Abel) /  min
konventionell makroskopisch	5	3:1	W/W/S/W/W	300	10
Einsatz von Mikromischern	9	2:1	WWW/SSS/WWW	3	17

W: reines Wasser ; S: 5 %ige wässrige Soda-Lösung; NGL: Nitroglycerin

Die in den Beispielen 1 bis 2 erzielten Ergebnisse wurden unter den gleichen Prozessbedingungen auch mit anderen Mikromischern, die passive Mischstrukturen auf der Basis von "split-and-recombine"- oder Multilaminations-

10 Mischprinzipien enthalten, erzielt.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Aufarbeitung von flüssigen Stoffen, dadurch gekennzeichnet,  
dass der aufzuarbeitende flüssige Stoff in einem oder mehreren  
Mikroreaktoren und/oder Mikromischern kontinuierlich mit einer  
5 Waschflüssigkeit gemischt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der  
Kanalinnendurchmesser des Mikroreaktors und/oder Mikromischers  
mindestens 50  $\mu\text{m}$  beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der  
10 Kanalinnendurchmesser des Mikroreaktors und/oder Mikromischers  
mindestens 100  $\mu\text{m}$  beträgt.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch  
gekennzeichnet, dass der Kanalinnendurchmesser des Mikroreaktors  
und/oder Mikromischers maximal 3000  $\mu\text{m}$  beträgt.
- 15 5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch  
gekennzeichnet, dass der Kanalinnendurchmesser des Mikroreaktors  
und/oder Mikromischers maximal 1000  $\mu\text{m}$  beträgt.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch  
gekennzeichnet, dass die Strömung der Flüssigkeiten im Mikroreaktor  
20 und/oder Mikromischer laminar ist.
7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch  
gekennzeichnet, dass die Strömung der Flüssigkeiten im Mikroreaktor und  
/oder Mikromischer eine Reynoldszahl von  $< 1000$  aufweist.
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch  
25 gekennzeichnet, dass der Mikroreaktor und/oder Mikromischer  
mikrostrukturierte passive Mischstrukturen enthält.

9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Mikroreaktor und/oder Mikromischer aus dem Werkstoff Glas oder Silizium besteht.
- 5 10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Mikroreaktor und/oder Mikromischer aus den Werkstoffen Metall, Keramik oder Emaille besteht.
- 10 11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das den Mikroreaktor und/oder Mikromischer verlassende Gemisch aus flüssigem (Wert-)Stoff und Waschflüssigkeit in ein Gefäß mit einem oberen und einem unteren Ablauf fließt, so dass sich die bereits getrennten flüssigen Phasen abnehmen lassen.
- 15 12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Gefäß neben einem oberen und einem unteren Ablauf noch ein oder mehrere zusätzliche Abläufe aufweist, über die sich weitere flüssige Phasen abnehmen lassen.
- 20 13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Wasch- und Trennungsvorgang durch Hintereinanderschalten mehrerer Mikroreaktoren und/oder Mikromischer wiederholt, bzw. durch Zugabe von jeweils anderen Waschflüssigkeiten variiert wird.
14. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, zur Aufarbeitung flüssiger Nitratester.
15. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, zur Aufarbeitung von Nitroglycerin.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2005/001525

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 7 B01D11/04 B01F13/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 7 B01D B01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 101 18 616 A1 (MIR-CHEM GMBH) 24 October 2002 (2002-10-24) paragraph '0025! - paragraph '0027!; figures 5,6	1,8,11
X	WO 02/16017 A (INSTITUT FUER MIKROTECHNIK MAINZ GMBH; MGT MIKROGLAS TECHNIK AG; LOEWE) 28 February 2002 (2002-02-28) page 7, line 17 - line 20 page 11, paragraph 3	1-5,8-10
X	US 2003/226806 A1 (YOUNG LINCOLN C 'US! ET AL) 11 December 2003 (2003-12-11) paragraphs '0034!, '0035!, '0039! ----- -/--	1-9

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 June 2005

Date of mailing of the international search report

14/06/2005

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Haderlein, A

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2005/001525

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
E	WO 2005/018772 A (WELLA AKTIENGESELLSCHAFT; SCHANZ, GERHARD; SENDELBACH, GERHARD) 3 March 2005 (2005-03-03) page 1, line 6 - line 10 page 7, line 24 - line 28 page 10, line 4 - line 10 page 4, line 17 - line 25 -----	1-5, 8-10,13
A	US 4 167 521 A (FOWLER ET AL) 11 September 1979 (1979-09-11) the whole document -----	14,15

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP2005/001525

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 10118616	A1	24-10-2002	WO 02083261 A2	24-10-2002
			DE 10291568 D2	15-04-2004
<hr/>				
WO 0216017	A	28-02-2002	DE 10041823 A1	14-03-2002
			AT 269149 T	15-07-2004
			AU 1215102 A	04-03-2002
			DE 50102620 D1	22-07-2004
			WO 0216017 A2	28-02-2002
			EP 1311341 A2	21-05-2003
			US 2004027915 A1	12-02-2004
<hr/>				
US 2003226806	A1	11-12-2003	AU 2003234566 A1	22-12-2003
			WO 03103836 A1	18-12-2003
<hr/>				
WO 2005018772	A	03-03-2005	DE 10333921 A1	17-02-2005
			WO 2005018772 A1	03-03-2005
<hr/>				
US 4167521	A	11-09-1979	NONE	
<hr/>				



# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2005/001525

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 B01D11/04 B01F13/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 B01D B01F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 101 18 616 A1 (MIR-CHEM GMBH) 24. Oktober 2002 (2002-10-24) Absatz '0025! - Absatz '0027!; Abbildungen 5,6	1,8,11
X	WO 02/16017 A (INSTITUT FUER MIKROTECHNIK MAINZ GMBH; MGT MIKROGLAS TECHNIK AG; LOEWE) 28. Februar 2002 (2002-02-28) Seite 7, Zeile 17 - Zeile 20 Seite 11, Absatz 3	1-5,8-10
X	US 2003/226806 A1 (YOUNG LINCOLN C 'US! ET AL) 11. Dezember 2003 (2003-12-11) Absätze '0034!, '0035!, '0039! ----- -/--	1-9



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

3. Juni 2005

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

14/06/2005

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Haderlein, A

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2005/001525

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
E	WO 2005/018772 A (WELLA AKTIENGESELLSCHAFT; SCHANZ, GERHARD; SENDELBACH, GERHARD) 3. März 2005 (2005-03-03) Seite 1, Zeile 6 - Zeile 10 Seite 7, Zeile 24 - Zeile 28 Seite 10, Zeile 4 - Zeile 10 Seite 4, Zeile 17 - Zeile 25 -----	1-5, 8-10,13
A	US 4 167 521 A (FOWLER ET AL) 11. September 1979 (1979-09-11) das ganze Dokument -----	14,15

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2005/001525

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 10118616	A1	24-10-2002	WO	02083261 A2		24-10-2002
			DE	10291568 D2		15-04-2004
-----						
WO 0216017	A	28-02-2002	DE	10041823 A1		14-03-2002
			AT	269149 T		15-07-2004
			AU	1215102 A		04-03-2002
			DE	50102620 D1		22-07-2004
			WO	0216017 A2		28-02-2002
			EP	1311341 A2		21-05-2003
			US	2004027915 A1		12-02-2004
-----						
US 2003226806	A1	11-12-2003	AU	2003234566 A1		22-12-2003
			WO	03103836 A1		18-12-2003
-----						
WO 2005018772	A	03-03-2005	DE	10333921 A1		17-02-2005
			WO	2005018772 A1		03-03-2005
-----						
US 4167521	A	11-09-1979	KEINE			
-----						